



Staalvoorbereiding zonder compromissen

KVCV - "Trends in Organische Analyse"

Tom Vercammen



Het **IS·X** expert center :



IS-X offers **high-end solutions for the analytical laboratory**. Our services are primarily aimed at **(re)organization and rationalization** of laboratory processes, in order to increase operational efficiency and throughput and reduce overall costs.



Staalvoorbereiding is **zo oud als de chromatografie** zelf,

- Solvent extractie technieken
- Kolom Chromatografie
- Evaporatieve preconcentratie
- Derivatisatie



Staalvoorbereiding in de 21ste eeuw ?

Enkele trends.



Constant streven van (farmaceutische) laboratoria naar;

- Vermindering (operationele) kosten
- Snellere turnaround time
- Doorgedreven optimalisatie lab processen (Lean/6-sigma)

Gelijktijdige trend, **analytische kennis** jaar op jaar verwaterd.

Staalvoorbereiding in de 21ste eeuw ? Technologische performantie als excuus.



Nieuw adagium: **“de beste sample prep is geen sample prep”**

Introductie van krachtige ‘black box’ **massa spectrometers,**

- Single quadrupole MS en iontrap
- Triple quad MS
- QTOF, orbitrap
- Etc...



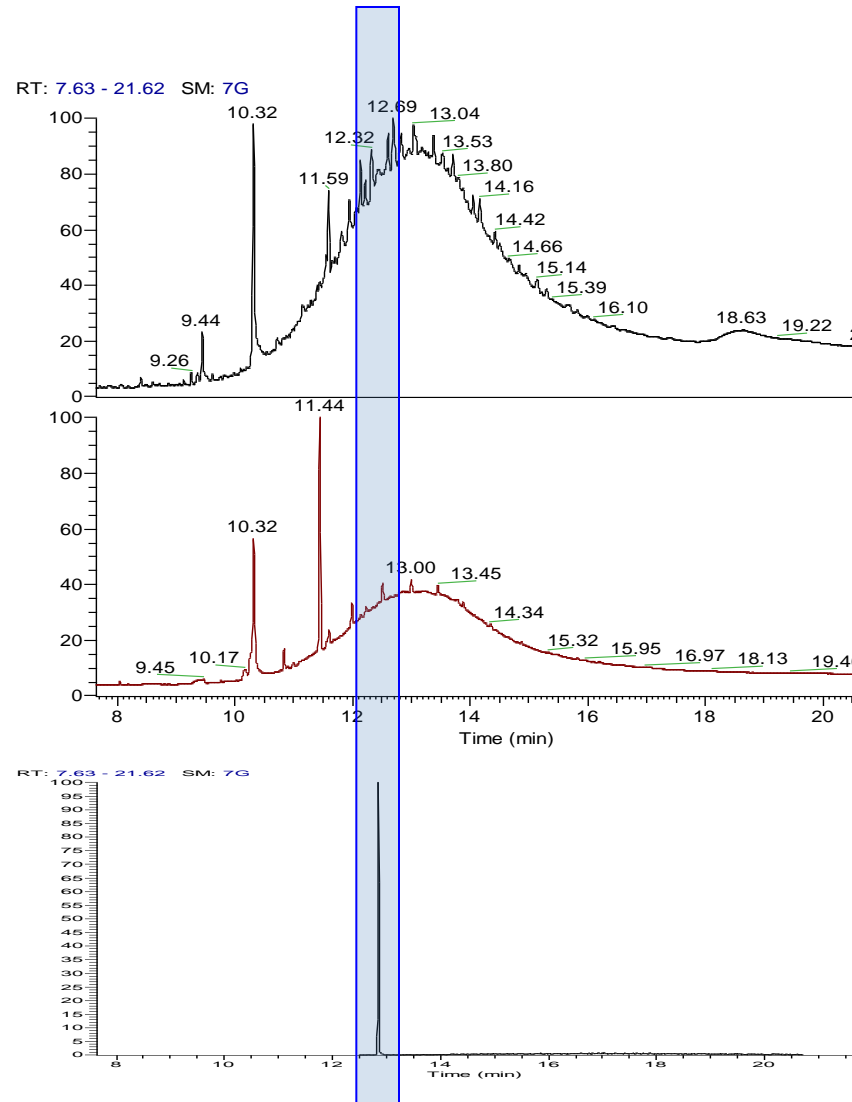
Selectiviteit, accuraatheid & prijs staan in verhouding.

Een voorbeeld uit de praktijk:

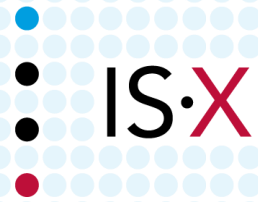


Analyse van **p,p-DDT** in slib,

- GC/MS in *full scan mode*
- GC/MS in *SIM mode*
- GC/MS in *MS/MS mode*



Staalvoorbereiding in de 21ste eeuw ? Blijft essentieel !



Lagere staalvoorbereidings vereisten op het einde v/d keten,
zorgen voor o.a. **verlies in robuustheid** vooraan:

- GC/MS methodes, *inlet contaminatie*
- LC/MS methodes, *ionisatie onderdrukking*
- Problemen op GC & LC-kolommen zelf

Adequate staalvoorbereiding **blijft een noodzaak.**



Staalvoorbereiding blijft dus noodzakelijk !



Wat blijft ?

- **Matrix Interferenties** verwijderen
- **Concentreren** target componenten
- **Transfer** naar chemisch/technisch compatiebel milieu

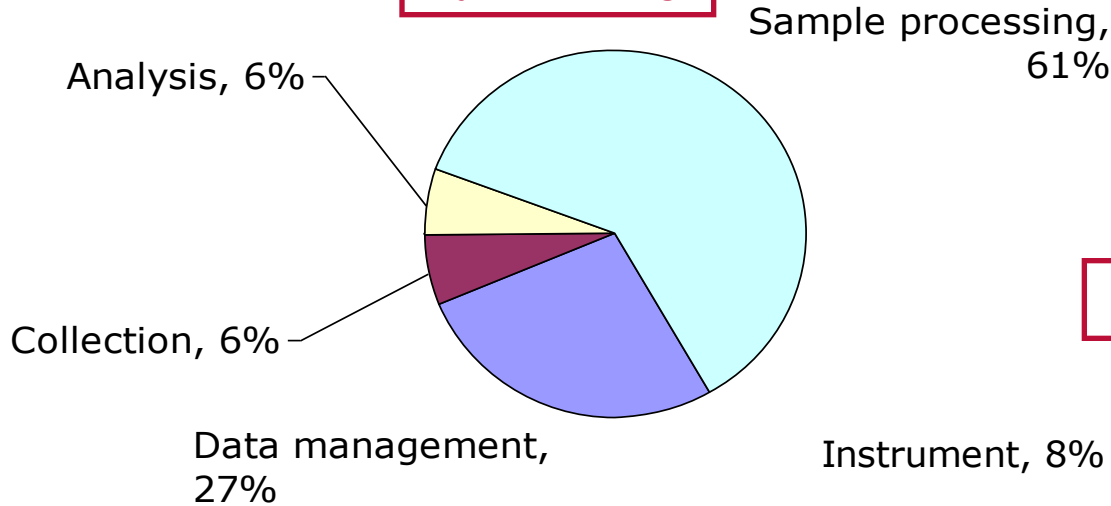
Wat is er nieuw ?

- **Miniaturisatie**
- **Automatisatie**

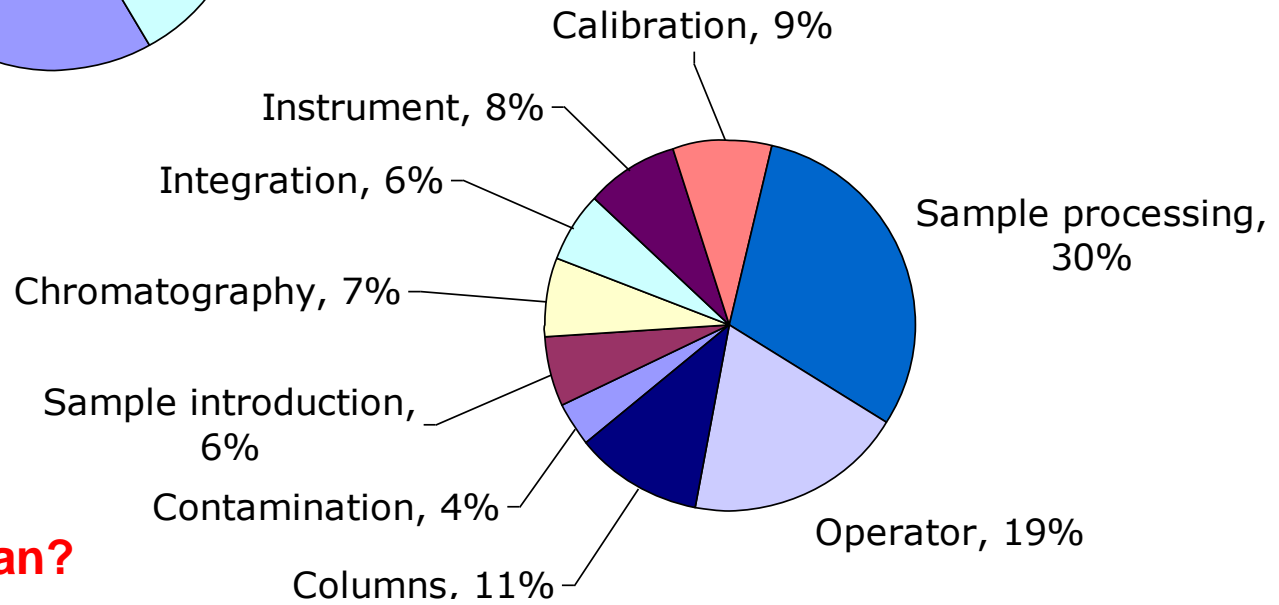
Waarom automatiseren ?



Tijdsverdeling



Foutenbronnen



Hoe pakken we dit aan?

**Zoektocht naar een geschikte staalvoorbereidings-
techniek voor elke analytische uitdaging.**



Geautomatiseerde staalvoorbereiding speelt een cruciale rol binnen elke analytische procedure. **Multipurpose Combi XT** is het ideale platform.



PAL COMBI-*xt*
Prep and Load Platform

Waarom multipurpose Combi XT ?

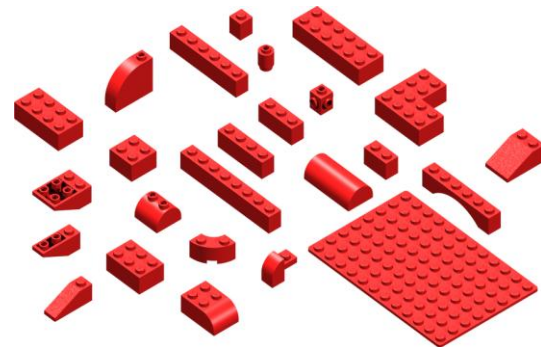


Het **modulair karakter** van de apparatuur en de **flexibele** softwareondersteuning laat toe om een groot aantal analyses adequaat uit te voeren.

Efficiëntie & kwaliteit van een meetmethode worden grotendeels bepaald door de gekozen staalvoorbereidingstechniek.



Specifieke toepassingen zoals **TD** en **pyrolyse** gebeuren preferentieel via gespecialiseerde apparatuur.



De voorgeschoven staalvoorbereidingstechnieken zijn:

- | | |
|--|----------------------|
| ✓ Headspace | VOC |
| ✓ <u>Purge-and-trap</u> | <i>Low level VOC</i> |
| ✓ Liquid-Liquid-Extractie (LLE) | <i>Semi-VOC</i> |
| ✓ Solid-Phase-Extractie (SPE) | <i>Semi-VOC</i> |
| ✓ Solid-Phase-Micro-Extractie (SPME) en
Stir-Bar-Sorptive-Extraction (SBSE) | <i>Semi-VOC</i> |

Statische headspace op de Combi XT :

- ✓ Verwarmde gasdichte spuit
- ✓ Zeer robuust
- ✓ Zeer snel,
- ✓ Routinetechniek
- ✓ Narrow bore kolommen
- ✓ Multiple headspace injection (**MHE**),



non-equilibrium aanrijking

materiaalmissies

Purge-and-trap op de Combi XT:

ITEX ?

- **I**n
- **T**ube
- **EX**tractie



- ✓ Verwarmde gasdichte spuit met pakking,
- ✓ Zeer robuust, zelfs voor afvalwater,
- ✓ Snel,
- ✓ Flexibel,
- ✓ Narrow bore kolommen

*geen carry-over
non-equilibrium aanrijking
gebruik van mixed bed*

Zeer eenvoudige configuratie bestaande uit,

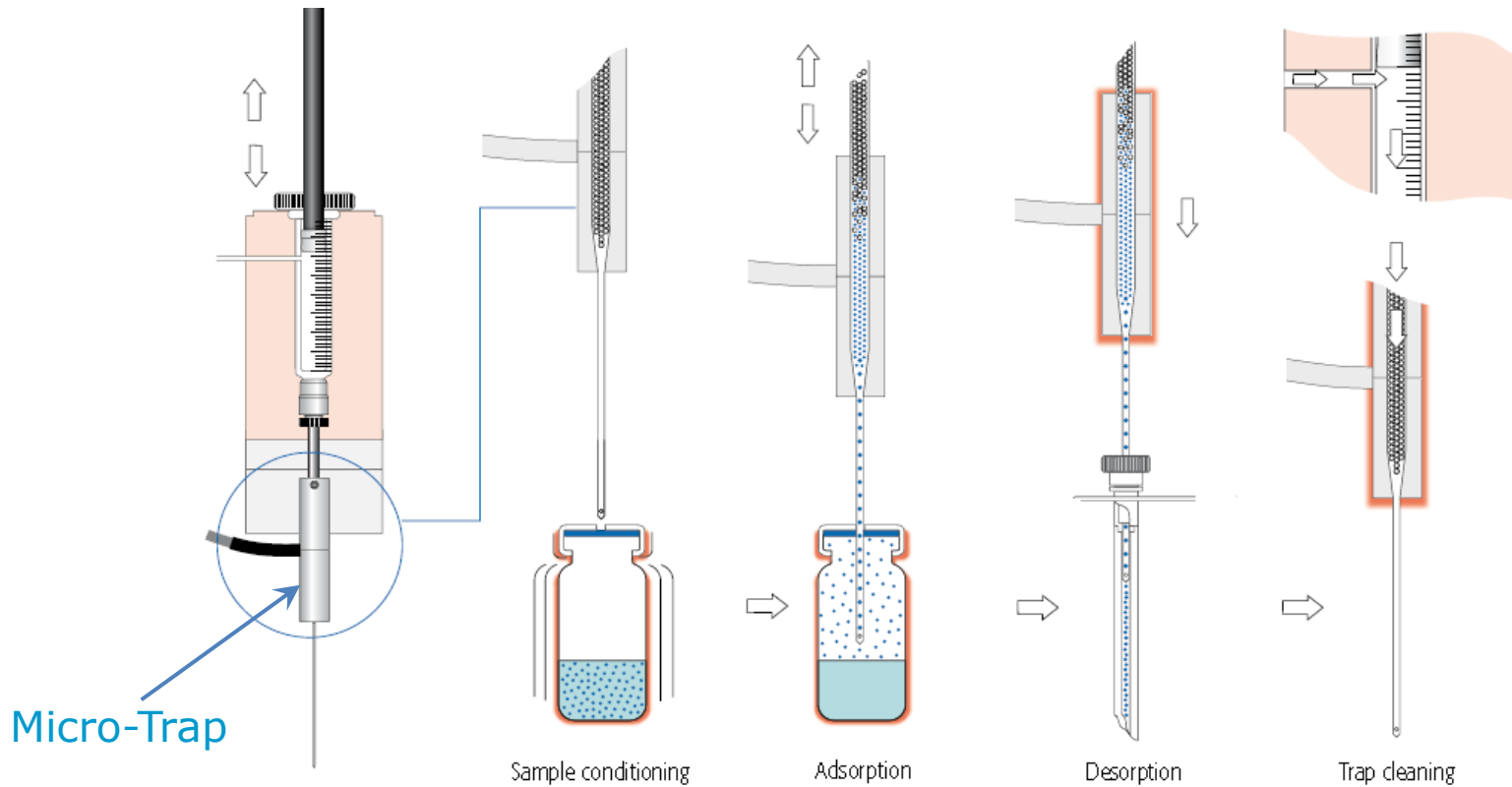
- Verwarmde gasticht syringe
- Naald gepacked met microtrap
- Flash heating block
- Schudder/incubator



Principe In Tube Extractie



Extractie d.m.v. **herhaalde plunjer beweging,**



Ervaringen uit de praktijk : Vluchtige organische componenten in afvalwaters



Huidige **stand van zaken**,

- Purge-and-trap analyse
- Static headspace met interne trap

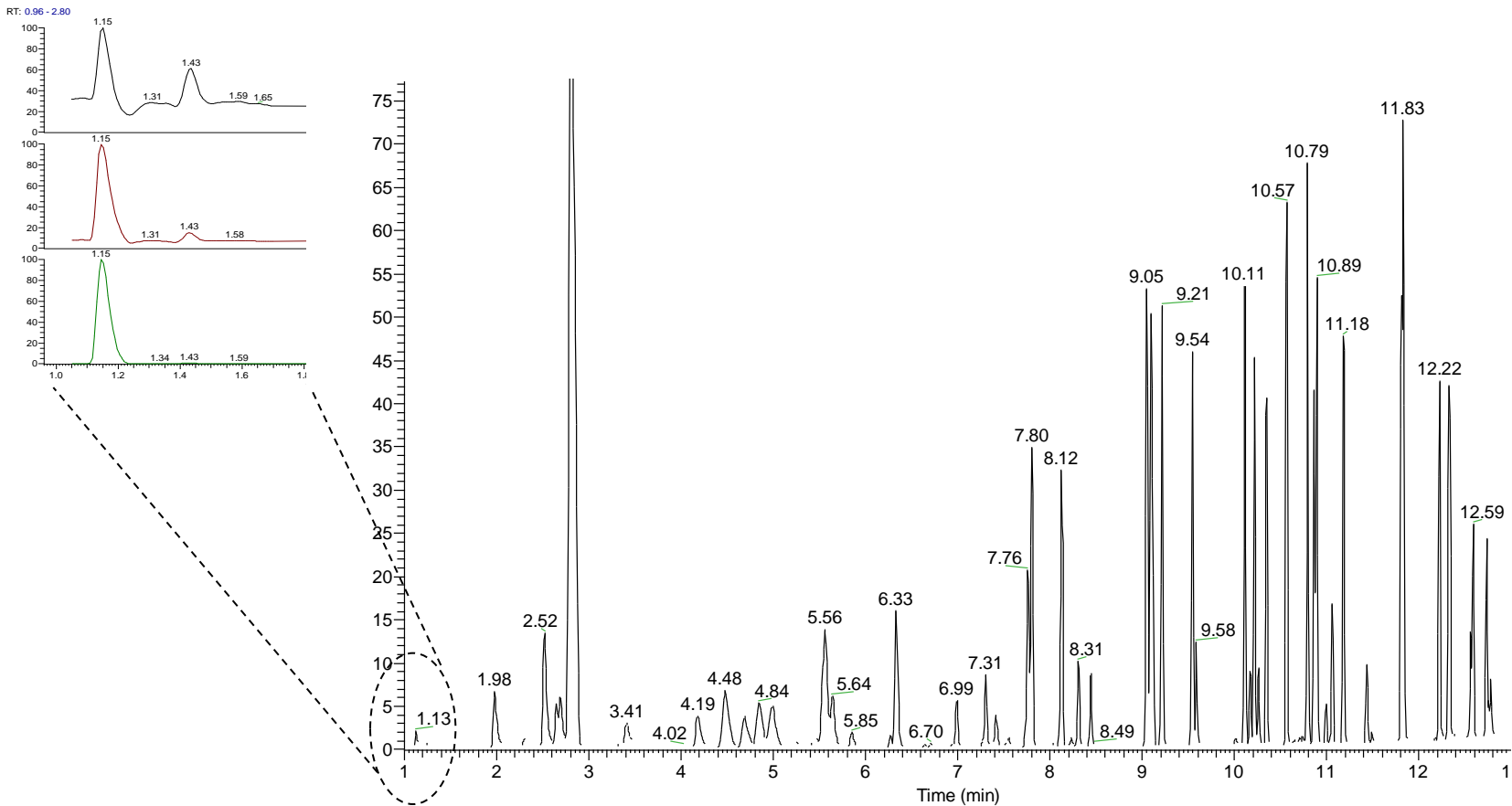
Grote systemen die adequaat zijn voor propere stalen. Maar bij gebruik voor afvalwaters, is **cross contaminatie** schering en inslag. Routine onderhoud is omslachtig a.g.v. groot intern volume, valven, fittingen en dichtingen.

ITEX is **robuuster, compacter** & geeft **geen carry-over**.

Een voorbeeld chromatogram



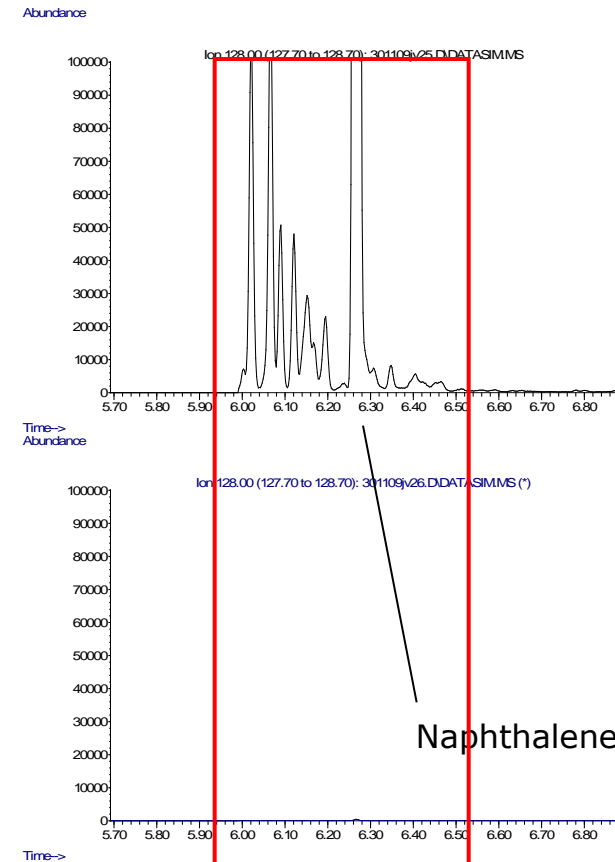
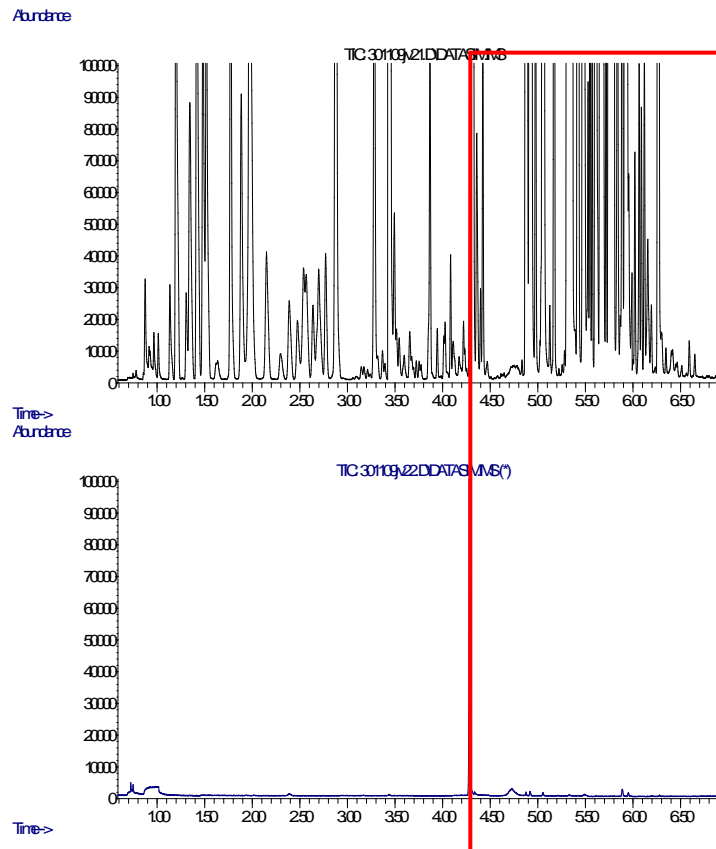
Excellente piek vorm voor alle componenten,



Carry-over ? VOC's in afvalwater



De kleine hoeveelheid materiaal vergemakkelijkt een **efficiënte trap regeneratie**,



Alle **zwarte componenten** zijn verwijderd na **2.00 min @ 300°C (w/flush)**.

Een overzicht:



De voorgeschoven staalvoorbereidingstechnieken zijn:

- | | |
|--|----------------------|
| ✓ Headspace | VOC |
| ✓ Purge-and-trap | <i>Low level VOC</i> |
| ✓ Liquid-Liquid-Extractie (LLE) | <i>Semi-VOC</i> |
| ✓ Solid-Phase-Micro-Extractie (SPME) en
Stir-Bar-Sorptive-Extraction (SBSE) | <i>Semi-VOC</i> |
| ✓ <u>Solid-Phase-Extractie (SPE)</u> | <i>Semi-VOC</i> |

Liquid/liquid extraction (LLE) op de Combi XT:

- ✓ Zeer robuust
- ✓ Chemisch zeer efficiënt
- ✓ Volledige profilering,
- ✓ Arbeidsintensief
- ✓ Miniaturiseerbaar,
- ✓ Narrow bore kolommen

*solventkeuze, pH
bvb minerale olie*

groot-volume injectie



Solid phase extraction (SPE) op de Combi XT:

ITSP ?

- **I**nstrument
- **T**op
- **S**ample
- **P**rep

- ✓ Microbed in cartridge,
- ✓ Zeer robuust
- ✓ Zeer snel
- ✓ Gevoelig
- ✓ Zeer brede selectiviteit,
- ✓ Volledige profilering,
- ✓ Narrow bore kolommen



*alle fasen, incl. filtrage & custom
bvb minerale olie*

Solid phase micro extractie (SPME) op de Combi XT:

MEPS?

- **M**icro
- **E**xtraction by
- **P**acked
- **S**orbent

- ✓ Microbed in spuit,
- ✓ Robuust,
- ✓ Zeer snel
- ✓ Zeer gevoelig,
- ✓ Brede selectiviteit,
- ✓ Volledige profilering
- ✓ Narrow bore kolommen

opletten voor carry-over

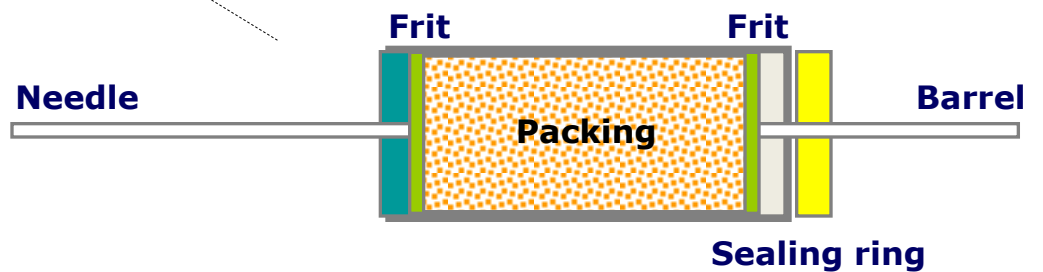
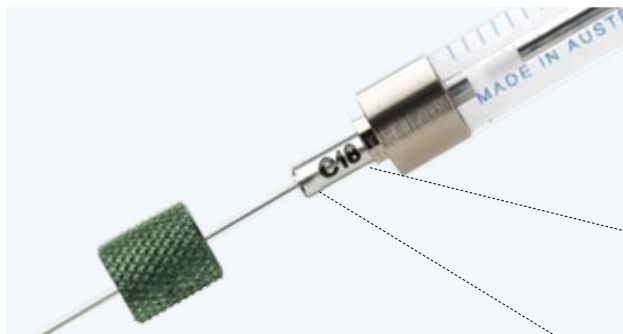
volledige extractieintroductie via LVI

C18, C8, SAX, SCX, silica

bvb minerale olie



Miniatuur SPE in de tip van een naald,

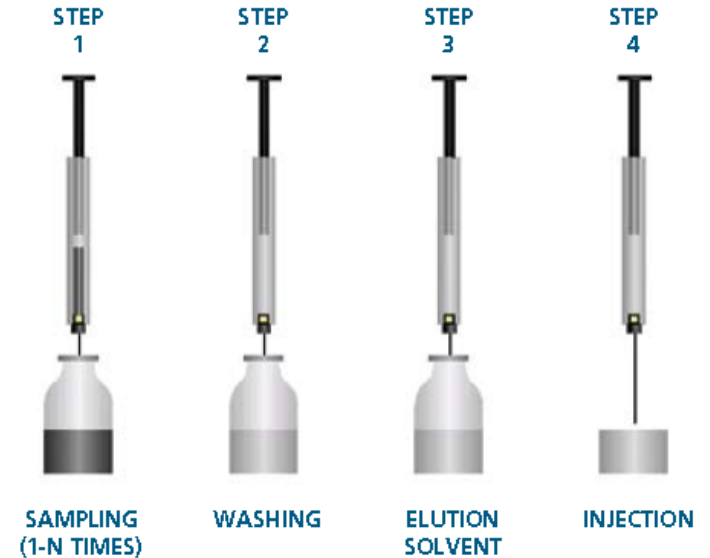


Oorsprong ?



Recente techniek ontwikkeld door,

- **M. Abdel-Rehim** (AstraZeneca)
- Drug discovery
- Snelle screening van drug candidates
- On-line met LC/MS/MS
- Ook **meerdere GC** toepassingen
- SPME naalden beschikbaar via SGE
- Volledig compatiebel met de Multipurpose Combi XT
- Werkingsprincipe ~ klassieke SPE



Waarom MEPS i.p.v. andere SPE technieken?

- Snel
- On-line
- Zeer eenvoudige methode ontwikkeling
- Relatief goedkoop

Belangrijkste +punt: geen pre-injectie verdunning.



Ervaringen uit de praktijk : MEPS toepassingen op LC & GC !

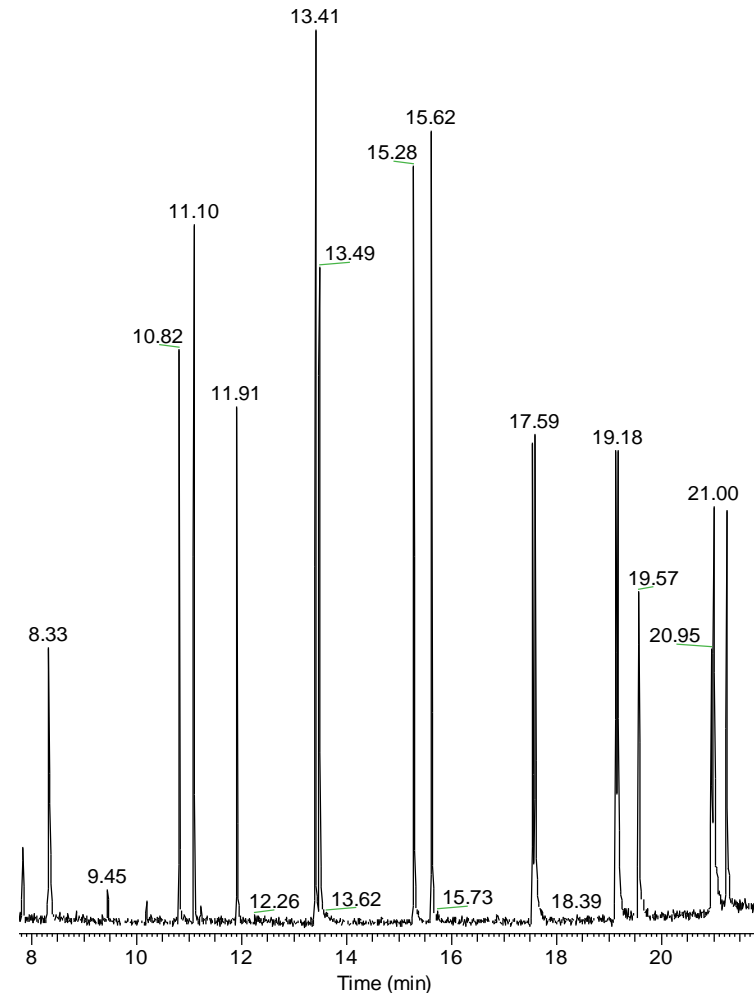


- Screening van PAKs in afvalwater
- High throughput minerale olie analyse in grondwater
- Analyse van Vitamine D3 in serum
- Vrije vetzuren in kaasextracten
- TTCA (2-Thiothiazolidine-4-carboxylic acid) in urine

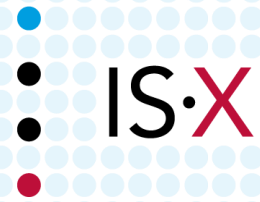
Methode speciaal ontwikkeld op MEPS door:

- Afvalverwerkend bedrijf
- Toegangscontrole
- Sterk gecontamineerde stalen

LOD, 5 pg/mL
In praktijk, 500 pg/mL
GnG limiet, 100 ng/mL



Minerale olie in grondwater

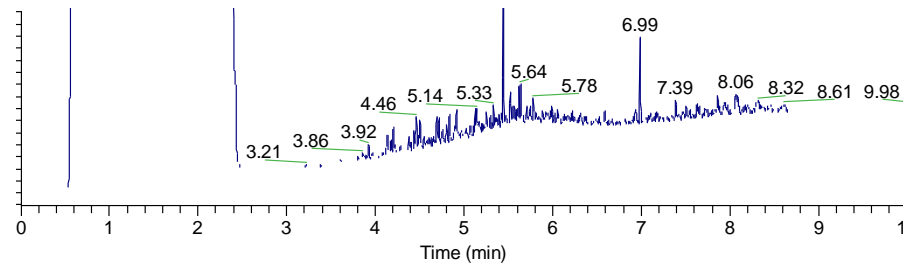
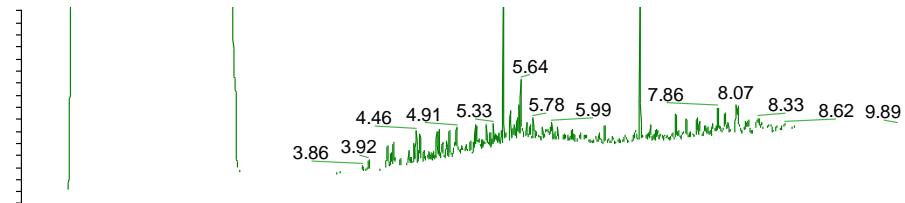
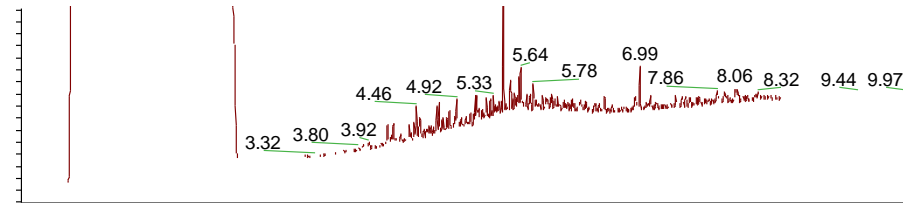
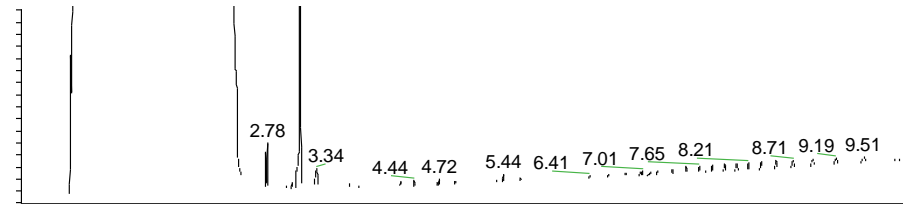


Gebruik van MEPS door:

- Milieuconsulent
- Grondwater remediatie
- On-site procedure



LOD, 100 ng/mL
In praktijk, 250 ng/mL
GnG limiet, 500 ng/mL



SMAKELIJK !!!

●
● IS·X
●

